

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-070468

(43)Date of publication of application : 14.03.1995

(51)Int.Cl.

C09C 1/64

C09C 1/64

C09D 5/00

C09D 5/38

C09D 11/02

(21)Application number : 06-142819

(71)Applicant : TOYO ALUM KK

(22)Date of filing : 24.06.1994

(72)Inventor : YAMAMOTO TAKASHI
UENISHI MASATOSHI
KATO SEIZO
SETOGUCHI SHUNICHI

(30)Priority

Priority number : 05165648 Priority date : 05.07.1993 Priority country : JP

(54) ALUMINUM PIGMENT

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain an aluminum pigment capable of suppressing production of a hydrogen gas, having excellent color tone of coating film and improved adhesion to a resin of coating compound.

CONSTITUTION: This aluminum pigment comprises 0.1-10wt.% based on aluminum calculated as Mo metal of a coating film of molybdic acid on the surface of aluminum flakes and 0.05-1wt.% based on aluminum calculated as P element of a phosphoric acid-based coating film on the coating film.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 16.04.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3403813

[Date of registration] 28.02.2003

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-70468

(43) 公開日 平成7年(1995)3月14日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 C 1/64	P B L			
	P B M			
C 0 9 D 5/00	P P T			
5/38	P R F			
11/02	P T F			

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平6-142819

(22) 出願日 平成6年(1994)6月24日

(31) 優先権主張番号 特願平5-165648

(32) 優先日 平5(1993)7月5日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000222093

東洋アルミニウム株式会社

大阪府大阪市中央区久太郎町3丁目6番8号

(72) 発明者 山本 隆嗣

大阪府大阪市中央区久太郎町三丁目6番8号 東洋アルミニウム株式会社内

(72) 発明者 上西 雅利

大阪府大阪市中央区久太郎町三丁目6番8号 東洋アルミニウム株式会社内

(74) 代理人 弁理士 川口 義雄 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 アルミニウム顔料

(57) 【要約】

【目的】 水素ガス発生を抑止でき、塗膜の色調に優れ且つ塗料樹脂との密着性に優れたアルミニウム顔料を提供する。

【構成】 本発明のアルミニウム顔料は、アルミニウムフレーク表面上に、アルミニウムに対してM₀金属換算量で0.1~10重量%のモリブデン酸被膜を有し、かつ該被膜の上にアルミニウムに対してP元素換算量で0.05~1重量%の燐酸系被膜を有することを特徴とする。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 アルミニウムフレーク表面上に、アルミニウムに対してM_o金属換算量で0.1～10重量%のモリブデン酸被膜を有し、かつ該被膜の上にアルミニウムに対してP元素換算量で0.05～1重量%の無機磷酸もしくはその塩類又は磷酸基を1つ有する有機磷酸エステルもしくはその塩類からなる磷酸系被膜を有することを特徴とするアルミニウム顔料。

【請求項2】 有機磷酸エステルの酸性磷酸基がモリブデン酸被膜表面に吸着しているかまたは脂肪族アミンと反応している請求項1のアルミニウム顔料。

【請求項3】 有機磷酸エステルの塩類を形成する塩基が合計炭素数3～36の脂肪族第一級アミンや第二級アミンである請求項1又は2のアルミニウム顔料。

【請求項4】 請求項1～3のいずれかのアルミニウム顔料を配合した水性メタリック塗料またはインキ。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、自動車の車体塗装などに使用される水性メタリック塗料や水性インキ等に配合されるアルミニウム顔料に関する。

【0002】

【従来の技術および発明が解決しようとする課題】水性メタリック塗料等に配合されるアルミニウム顔料に関しては、多くの技術が公知である。

【0003】特公昭34-9729号公報にはアルミニウム顔料を磷酸もしくは磷酸塩の水溶液で処理することが開示されている。この処理によると、アルミニウム顔料と水との反応による水素ガス発生は抑止されるものの、塗膜の色調が著しく損なわれる上に、温水中に浸漬すると塗膜の色調が白化してしまうという欠陥があった。特公昭60-8057号公報にはアルミニウム顔料を炭素数6以上のアルキル基を有する磷酸エステルで処理することが開示されている。この処理によると、水素ガス発生は抑止され、塗膜の色調も良好であるが、処理されたアルミニウム顔料と塗料樹脂との密着性が非常に悪いという致命的な欠陥があった。

【0004】また、アルミニウム顔料を有機官能基で修飾した酸性磷酸エステルで処理する技術もいくつか開示されているが、いずれも満足な物性を得るには至っていない。特公昭60-15466号公報には芳香族環を含む官能基およびアミノ基で修飾した磷酸エステルで処理することが開示されているが、この処理でも顔料と塗料樹脂との密着性は十分改善されていない。特公平2-15590号公報には修飾基の末端にカルボキシル基を導入した磷酸エステルで処理することが開示されているが、この処理では水素ガス発生を抑止効果および顔料と塗料樹脂との密着性が不満足であった。

【0005】特公平1-54386号公報にはアルミニウム顔料をクロム酸で処理することが開示されている。

2

この処理によると、水性塗料中での安定性が良く、水素ガス発生を抑止でき且つ塗膜の色調の優れた顔料が得られ、顔料と塗料樹脂との密着性も実用可能なレベルまで改善される。しかしながら、この処理に用いられるクロム酸は反応性が高いために、粒度の細かいアルミニウムフレークはクロム酸処理により溶解してしまい、D₅₀<20μm程度の粒度の細かいアルミニウム顔料は製造し難い。また、この処理では6価クロム化合物を使うことが労働衛生上および環境保全上大きな問題となる。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明のアルミニウム顔料は、アルミニウムフレーク表面上に、アルミニウムに対してM_o金属換算量で0.1～10重量%のモリブデン酸被膜を有し、かつ該被膜の上にアルミニウムに対してP元素換算量で0.05～1重量%の磷酸系被膜を有することを特徴とする。

【0007】本発明のアルミニウム顔料は、アルミニウムフレーク表面上にアルミニウムに対してM_o金属換算量で0.1～10重量%のモリブデン酸被膜を有する。アルミニウムフレーク表面上にモリブデン酸被膜を形成するための一次処理は、水溶性溶剤に分散させたアルミニウムフレークをモリブデン酸アンモニウムを含むアルカリ性水溶液で処理することからなる。

【0008】アルミニウムフレークとしては、色調の優れた、つまり金属光沢感に富む平均粒径(D₅₀)が1～50μm程度、好ましくは10～30μm程度のものが適用可能である。このようなフレークは、ボールミルやアトライターミルの中で粉砕媒体の存在下粉砕助剤を用いて粉砕もしくは摩砕することにより作られる。粉砕助剤としては、通常オレイン酸、ステアリン酸、イソステアリン酸、ラウリン酸、パルミチン酸、ミリスチン酸などの高級脂肪酸のほか、脂肪族アミン、脂肪族アミド、脂肪族アルコールが使用される。また、粉砕媒体としては、ミネラルスピリット、ソルベントナフサなどの高引火点の鉱物油が使用される。

【0009】使用するアルミニウムフレークは、処理液に湿潤し易いように予め後記の水溶性溶剤に分散させておくことが望ましい。粉砕媒体が処理液と相溶性がない場合には、予め水溶性溶剤で置換しておく必要がある。

【0010】モリブデン酸アンモニウムは、オルト体、メタ体、パラ体のいずれも使用可能である。モリブデン酸アルカリ金属もしくはアルカリ土類金属塩は水に易溶性であるが、アルカリ性が強すぎてアルミニウムの処理には適さない上に、アルカリ金属もしくはアルカリ土類金属が被膜内に残留すると塗膜物性に悪影響を与える恐れがあるのであまり好ましくない。

【0011】処理液は、モリブデン酸アンモニウムを水と水溶性溶剤の混合液に数%以下の濃度になるように溶解させて調製するのが良い。水溶性溶剤は、当然のことながら水相と混和するから、アルミニウムフレークとモ

3

リブデン酸アンモニウムとの接触を実現させる上で不可欠である。使用可能な水溶性溶剤としては、エチレングリコールモノブチルエーテル（ブチルセロソルブ）、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノプロピルエーテル、イソプロピルアルコールなどが例示できる。

【0012】上記アルミニウムフレークを処理液と反応させるとき、反応はアルカリ下で行うことが重要である。通常処理液のpHは7~10、好ましくは7.5~9.5、さらに好ましくは8~9である。pHが7未満では、アルミニウムフレーク表面に吸着した脂肪酸などの存在によるためかアルミニウムとの反応が遅々として進まず（無論、不動領域を外れた酸性ではアルミニウムが溶解してしまう）、一方pHが10を越えると、急激な反応が起こるために塗膜の色調の優れたアルミニウム顔料が得られない。

【0013】一次処理は反応系から水と未反応物を除去することによって完了する。反応完了後、洗浄濾過してから二次処理が施される。一次処理したアルミニウム顔料のケーキが水を含んでいる場合は、二次処理を施す前に水を上記水溶性溶剤で置換するのが望ましい。

【0014】こうして形成されたモリブデン酸被膜は、アルミニウムに対してMo金属換算量で0.1~10重量%、好ましくは0.1~3重量%の範囲内にある。下限値未満では、水素ガス発生を抑止するには不十分であり、一方上限値を越えると、被膜が厚くなりすぎるため塗膜の色調が逆に悪くなる。

【0015】本発明のアルミニウム顔料は、一次処理で形成されたモリブデン酸被膜の上にアルミニウムに対してP元素換算量で0.05~1重量%の磷酸系被膜を有する。磷酸系被膜を形成するための二次処理は、上記一次処理したアルミニウム顔料を無機もしくは有機の磷酸化合物の溶液で処理することからなる。

【0016】二次処理に使用される磷酸化合物としては、従来アルミニウム顔料の耐食性を向上させ得る化合物として公知のものが使用される。磷酸のアルカリ金属もしくはアルカリ土類金属塩は使用可能ではあるが、一次処理の場合と同様にアルカリ性が強すぎてアルミニウムの処理には適さない上に、アルカリ金属もしくはアルカリ土類金属が被膜内に残留すると塗膜物性に悪影響を与える恐れがあるのであまり好ましくない。無機磷酸化合物としては、オルト磷酸、ピロ磷酸、ポリ磷酸等が例示され、磷酸1水素2アンモニウム、磷酸2水素1アンモニウム、磷酸マンガン(II)1塩基性塩等の無機磷酸塩も使用され得る。有機磷酸化合物としては、メチルアシッドホスフェート、エチルアシッドホスフェート、イソプロピルアシッドホスフェート、ブチルアシッドホスフェート、ヘキシルアシッドホスフェート、オクチルアシッドホスフェート、ラウリルアシッドホスフェート、

4

ステアリルアシッドホスフェート、オレイルアシッドホスフェート、シクロヘキシルアシッドホスフェート、フェニルアシッドホスフェート、ノニルフェニルアシッドホスフェート、トリフェニルホスファイト等の有機酸性磷酸エステルが使用され得る。有機磷酸エステルの塩類を構成する塩基としては、種々の有機アミンが使用できるが、その中でも合計炭素数が3~36の脂肪族第一級アミンや第二級アミンが好ましい。後述の実施例から明らかのように、これら有機アミンとの酸性塩類の形で添加すると、塗膜物性、特に耐温水性が顕著に改善されるからである。この理由は現在のところ必ずしも明らかになっていないが、二次処理後のアルミフレークの被膜表面近傍に存在する微量の未吸着磷酸基が脂肪族アミンと中和することによってその活性を失うためと推定される。有機磷酸エステル塩類は、有機磷酸エステルと同様にその酸性基によりモリブデン酸被膜表面に吸着することができる。この場合、酸性基の量が多い有機磷酸エステル塩類を添加したのでは、未吸着磷酸基の生成量も多くなり、一方完全に中和したいわゆる中性塩を添加したのでは活性基がないためモリブデン酸被膜表面への吸着が困難となる。未吸着磷酸基の生成量を抑制しつつモリブデン酸被膜表面への吸着を可能とするには有機磷酸エステル塩類は、酸性塩類の形で添加するのが特に好ましい。こうして得られる有機磷酸エステル塩類からなる磷酸系被膜は、未吸着磷酸基量が特に少ないものと推定される。このような被膜は有機磷酸エステルを吸着させてから適当量のアミンを後添加しても得ることができると考えられる。塩基として第三級アミンなど強塩基性アミンの使用は塗料安定性を損ないがちなため、好ましくない。

【0017】脂肪族第一級アミンや第二級アミンとしては、ブチルアミン、ジブチルアミン、ヘキシルアミン、ジヘキシルアミン、オクチルアミン、ジオクチルアミン、デシルアミン、ジデシルアミン、ラウリルアミン、ジラウリルアミン、ミリスチルアミン、ジミリスチルアミン、オレイルアミン、ステアリルアミンなどがある。

【0018】一次処理したアルミニウム顔料を上記磷酸系二次処理剤で処理する方法は、その二次処理剤の種類に依存する。処理剤が磷酸塩などの有機溶剤不溶性の水溶性化合物の場合には、1次処理したアルミニウム顔料ケーキに二次処理剤の水溶液を添加して反応させ、固液分離した後に水と混合可能な有機溶剤で洗浄することが望ましい。水と混合可能な有機溶剤で洗浄することにより、水溶性の磷酸化合物がアルミニウム顔料表面に均一かつ強固に析出・固定されると同時に塗膜の耐温水性を低下させる原因になる遊離の磷酸イオンはこの有機溶剤で洗い流される。一方、二次処理剤がオルト磷酸、ブチルアシッドホスフェートなどの有機溶剤可溶性化合物の場合には、一次処理したアルミニウム顔料ケーキにイソプロピルアルコール、トルエンなどの適当な有機溶剤に

溶解させた処理液を添加し、混練することが望ましい。

【0019】こうして形成された磷酸系被膜は、アルミニウムに対してP元素含有量が0.05~1重量%、好ましくは0.1~0.5重量%の範囲内にある。下限値未満では、水素ガス発生を抑止するには不十分であり、一方上限値を越えると、アルミニウム顔料から作成した塗膜の耐温水性および密着性が低下してしまう。

【0020】本発明のアルミニウム顔料は、用途的観点から揮発性成分として通常高沸点の水溶性溶剤を含む。高沸点の水溶性溶剤としては、プロピレングリコール系溶剤およびエチレングリコール系溶剤、例えばプロピレングリコールモノメチルエーテル、トリエチレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノプロピルエーテル、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル、ジプロピレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテルなどが使用できる。

【0021】

【発明の効果】本発明においてアルミニウムフレークをモリブデン酸アンモニウムを含むアルカリ性水溶液で一次処理すると、アルミニウムフレーク表面上に吸着していた粉砕助剤（通常はオレイン酸やステアリン酸などの脂肪酸）の油性グリース分がクリーニングされる結果、一次処理されたアルミニウム顔料の表面に有機被膜は実質上検出されず、比較的活性で極薄いモリブデン酸被膜が露出して形成されている。次いで磷酸系処理剤で二次処理するときにアルミニウム顔料の表面が油性グリース分で汚染されていないために、磷酸系処理剤が有効に作用し得る。

【0022】本発明においては、一次処理によりアルミニウムフレーク表面上にモリブデン酸被膜が形成されており、かつ二次処理により該被膜の上に磷酸系被膜が形成されている。これらの被膜の相乗効果により、本発明のアルミニウム顔料は水との反応による水素ガス発生を抑止に対して優れた効果を発揮する。

【0023】従来アルミニウム顔料の耐食性を改善するに十分な量の磷酸系処理剤でアルミニウム顔料を処理した場合、塗膜の耐温水性が低下したり密着性が低下する問題があったが、本発明においては一次処理によりモリブデン酸被膜が形成されているために、磷酸系処理剤の使用量を従来に比べてかなり低減でき、その結果塗膜の耐温水性や密着性を損なうことなく耐食性を改善することができる。

【0024】

【実施例】本発明を、下記の非限定的実施例に基いて更に説明する。

【0025】実施例1~3

<一次処理>容量3 lのビーカーに、アルミニウムフレーク（東洋アルミニウム（株）製アルベースト（登録商標）7675NS、D50=14 μm）をアルミニウム分

が200 gになるように秤取し、これに1 lのプロピレングリコールモノメチルエーテルを添加し、400 rpmで攪拌しながらアルミニウムフレークを分散させ、全体を冷却して液温18℃とした。このアルミニウムフレーク分散液に、あらかじめ200 mlの脱イオン水に5.0 gのパラモリブデン酸アンモニウムを溶解させた処理液を徐々に添加し、400~450 rpmで攪拌しながらpH8.5、液温15~20℃の範囲で1時間反応させた。脱イオン水で3回デカンテーションを繰り返してアンモニウムイオンと未反応のパラモリブデン酸アンモニウムを溶出後、ガラスフィルターを用いて吸引濾過した。続いてフィルター上のアルミニウムフレークをプロピレングリコールモノメチルエーテルで3回洗浄して完全に水を除去してから最後に吸引濾過して、一次処理したモリブデン酸被膜を有するアルミニウム顔料ケーキを得た。

【0026】<二次処理>一次処理に継続してフィルター上のアルミニウム顔料ケーキに吸引濾過を行いながら、所定濃度の磷酸1水素2アンモニウム水溶液400 mlをアルミニウム顔料ケーキ全体に充分行きわたるように添加した。磷酸1水素2アンモニウム水溶液とアルミニウム顔料ケーキの接触時間は吸引濾過の圧力で調整した。充分吸引濾過した後、ブチルセロソルブ3 lを3回に分けてフィルター上のアルミニウム顔料全体に充分行きわたるように添加して顔料ケーキを洗浄し、その後ミキサーにてブチルセロソルブで不揮発分を調整し、最後に50℃で2日間熟成して二次処理アルミニウム顔料を得た。

【0027】二次処理に使用した磷酸1水素2アンモニウム水溶液（磷酸塩）の濃度と磷酸塩水溶液とアルミニウム顔料との接触時間は表1に示す通りである。

【0028】得られたアルミニウム顔料を250℃で1時間乾燥後、ICP発光分光分析で定量したアルミニウム顔料中に含有されるMo量とP量も表1に示す。

【0029】実施例4~6

ミキサー中で、実施例1と同様に一次処理したアルミニウム顔料ケーキにブチルセロソルブに溶解したブチルアシッドフォスフェート（城北化学工業（株）製JP-504；モノ体とジ体との等モル混合物）を添加し、30分間混練処理して、二次処理したアルミニウム顔料を得た。

【0030】二次処理に使用したブチルアシッドフォスフェート（磷酸エステル）の量は表2に示す通りである。

【0031】得られたアルミニウム顔料を250℃で1時間乾燥後、ICP発光分光分析で定量したアルミニウム顔料中に含有されるMo量も表2に示す。なお、表2に示したP含有量は計算値である。

【0032】実施例7

実施例4~6において、ブチルアシッドフォスフェイト

7

の代わりにブチルアシッドフォスフェイトとラウリルアミン（花王製 ファーミン20D）の等量混合物（重量比）からなる酸性塩を使用したこと以外は、実施例4～6と同様にして二次処理したアルミニウム顔料を得た。

【0033】比較例1～6

比較例1：上記実施例における一次処理の原料であるアルミニウムフレーク（東洋アルミニウム（株）製アルペースト（登録商標）7675NS、 $D_{50}=14\mu m$ ）を水性樹脂に分散しやすいようにイソプロピルアルコールで溶剤置換したもの；

比較例2：上記実施例における一次処理の原料であるアルミニウムフレーク（東洋アルミニウム（株）製アルペースト（登録商標）7675NS、 $D_{50}=14\mu m$ ）に実施例1の一次処理のみを施したもの；

比較例3：上記実施例における一次処理の原料であるアルミニウムフレーク（東洋アルミニウム（株）製アルペースト（登録商標）7675NS、 $D_{50}=14\mu m$ ）を＊

トリエチルアミンで中和した水溶性アクリル樹脂 （三井東圧化学（株）製 アルマテックス（登録商標）WA911）	58.43g
メラミン樹脂 （三井サイアナミッド（株）製 サイメル（登録商標）350）	8.80g
アルミニウム顔料（金属Al換算）	6.00g
脱イオン水	80.00g

を十分撹拌し、手分散の後、ディスパーにより1000rpm×約10分間撹拌して分散する。その後、10%トリエチルアミンでpHを8.6に調整する。脱イオン水を用いて#4フォードカップで19～20秒に粘度調※

アクリル樹脂 （大日本インキ化学工業（株）製アクリディック（登録商標）A-345）	130g
メラミン樹脂 （大日本インキ化学工業（株）製スーパーベッカミン（登録商標）L-117-60）	50g
ソルベッソ（登録商標）	70g

を手分散した。調製後のクリアー塗料の粘度は#4フォードカップで20秒であった。

【0036】塗装方法

米国SPRAYMATION社製自動エアークラリアー塗装パネル作製装置310741型に、岩田塗装機工業（株）製SA-71スプレーガンを使用して、予めプライマーを塗装した鋼板に、水性メタリックベース塗料を乾燥膜厚13 μm となるように塗装し、90℃のエアーオーブン中で10分間予備乾燥を行い、その上に油性クリヤー塗料を乾燥膜厚40 μm となるように塗布した後、160℃のエアーオーブン中で30分間焼付けすることにより硬化させたものを試験片とした。

【0037】試験項目

1. 塗料安定性

粘度調整前の水性メタリックベース塗料80gをプラスチックに採取し、50℃に調整した湯煎器内で10日間の水

8

＊イソプロピルアルコールで溶剤置換後、一次処理を施すことなく実施例4と同様にブチルセロソルブに溶解したブチルアシッドフォスフェイト（城北化学工業（株）製JP-504）をアルミニウム顔料100重量部に対して1.5重量部になるように添加し、30分間混練処理したもの；

比較例4, 5：上記実施例5, 6において、一次処理を省略した未処理アルミニウム顔料を使用し、これにブチルアシッドホスフェイトの代わりにオレイルアシッドホスフェイトを用いたこと以外はそれぞれ実施例5, 6と同様にして得たブチルセロソルブベースのアルミニウム顔料；

比較例6：市販の水性アルペースト（東洋アルミニウム（株）製アルペースト（登録商標）WXM7675）。

【0034】試験例

水性メタリックベース塗料の調製

次の原料：

※整する。

【0035】油性クリヤー塗料の調製

次の原料：

素ガス累積発生量を観察した。ガス発生量が少ないほど塗料安定性が良いことを示す。

【0038】2. 塗膜初期特性

塗装の終了した試験片の色調、すなわち塗膜の光沢（IV値）を開西ペイント（株）製測色機「アルコープ」LMR-100型を用いて評価した。塗膜密着性はASTM D3359 B法に準じて6段階評価した。一般的評価で4B以上が合格である。

【0039】3. 塗膜の耐温水性

試験片を50℃の温水に10日間浸漬後、塗膜の密着性を上記と同様に評価し、50℃の温水に10日間浸漬前後の塗膜密着性の变化を調べた。また、浸漬部分の白化度合いを非浸漬部分の色調と比較評価した。白化度合いの評価は目視で行い、結果は、全く色調に変化無しと認められたものは三重丸、ほとんど変化なしと認められたものは二重丸、わずかの差しか認められなかったものは一

重丸、ボーダーラインは三角印、許容できない変色はバ * 【0040】
ツ印で表記した。 * 【表1】

表 1

		実施例 1	実施例 2	実施例 3
二 次 処 理	一次処理した アルミニウム顔料 (NV75%)	100重量部	100重量部	100重量部
	磷酸塩水溶液濃度	1g/l	10g/l	50g/l
	接触時間	2分	10分	25分
	Mo含有量 (wt%)	0.658	0.659	0.650
	P含有量 (wt%)	0.064	0.223	0.784
	Al含有率 (%)	55.0	55.0	55.0
	混練後熟成	50℃×2days	50℃×2days	50℃×2days
塗 料 化	上記アルミニウム顔料 (金属Al量)	10.90 (6.0)	10.90 (6.0)	10.90 (6.0)
	ワニスA *1)	56.32	56.32	56.32
	トリエチルアミン	2.11	2.11	2.11
	ワニスB *2)	8.8	8.8	8.8
	脱イオン水	80.0	80.0	80.0
	pH (調整後)	8.6	8.6	8.6
	粘度 (sec)	19.4	19.5	19.8

ワニスA *1) アルマテックス[®] WA911 (三井東圧(株)製 水溶性アクリル樹脂)

B *2) サイメル[®] 350 (三井サイアナミッド(株)製 メラミン樹脂)

【0041】

【表2】

表 2

		実施例 4	実施例 5	実施例 6	実施例 7
二 次 処 理	一次処理した アルミニウム顔料 (NV75%)	100重量部	100重量部	100重量部	100重量部
	磷酸エステル添加量	0.3重量部	1.5重量部	5.0重量部	—
	その酸性塩	—	—	—	2.25重量部
	Mo含有量 (wt%)	0.655	0.649	0.650	0.656
	P含有量 (wt%)	0.051	0.255	0.850	0.248
	Al含有率 (%)	55.0	55.0	55.0	55.0
	混練後熟成	50°C×2days	50°C×2days	50°C×2days	50°C×2days
塗 料 化	上記アルミニウム顔料 (金属Al量)	10.90 (6.0)	10.90 (6.0)	10.90 (6.0)	10.90 (6.0)
	ワニスA *1)	56.32	56.32	56.32	56.32
	トリエチルアミン	2.11	2.11	2.11	2.11
	ワニスB *2)	8.8	8.8	8.8	8.8
	脱イオン水	80.0	80.0	80.0	80.0
	pH (調整後)	8.6	8.6	8.6	8.6
	粘度 (sec)	19.4	19.5	19.8	19.5

ワニスA *1) アルマテックス[®] WA911 (三井東圧[®]製 水溶性アクリル樹脂)

B *2) サイメル[®] 350 (三井サイアナミッド[®]製 メラミン樹脂)

【0042】

【表3】

	ガス発生量 (ml/1gAl)	塗 膜 特 性			
		初 期		温水浸漬後	
		IV 値	密着性	白化度	密着性
実施例 1	2. 1 1	2 0 5	5 B	◎	5 B
実施例 2	0. 0	2 1 5	5 B	◎	5 B
実施例 3	0. 0	1 9 8	5 B	△	3 B
実施例 4	1. 9	2 1 2	5 B	◎	5 B
実施例 5	0. 0	2 1 8	5 B	◎	5 B
実施例 6	0. 0	1 9 4	4 B	△	3 B
実施例 7	0. 0	2 1 4	5 B	◎	5 B
比較例 1	2 0. 0 >	2 4 1	5 B	◎	5 B
比較例 2	6. 4	2 2 8	5 B	◎	3 B
比較例 3	1 2. 0	2 0 3	4 B	×	2 B
比較例 4	7. 4	2 1 9	4 B	×	2 B
比較例 5	2. 3	2 0 3	3 B	×	2 B
比較例 6	2. 7 6	2 3 7	5 B	×	3 B

フロントページの続き

(72) 発明者 加藤 晴三

大阪府大阪市中央区久太郎町三丁目 6 番 8
号 東洋アルミニウム株式会社内

(72) 発明者 瀬戸口 俊一

大阪府大阪市中央区久太郎町三丁目 6 番 8
号 東洋アルミニウム株式会社内